

RRDE-3A 回転リングーディスク電極装置

使用説明書



目次

	ページ
1. 装置の概略及び使用範囲	1
2. 動作原理	1
3. 仕様	2
4. 装置の構成	2
5. セットアップと使用方法	2
1) 動作環境	2
2) 装置のセットアップ	2
3) RRDE- 3A フロント・背面各部位の説明	3
4) RRDE 電極の取り外し / 取付け	4
5) サンプルのセットアップ	4
6) 電極のセットアップとケーブルの接続	5
7) コントロールケーブルの接続	5
8) RRDE-3A 回転電極測定	6
9) パージを行う場合	8
10) リモートによるパージ	9
11) 作用電極の回転制御	10
12) リモートによる電極回転	11
13) スピンコーティング	12
6. 装置の使用	11
7. 装置の保守とトラブルの解決法	12
8. 電極の研磨	14
PK-3 セル研磨キット	17
9. 付属品リスト	18
保証について	18
トラブルシューティング	19
RRDE-3A 用リングディスク電極・ディスク電極	22
DRE ディスク交換式電極	23
参照電極	24
簡易式可逆水素電極キット	25
カウンター電極	26

1. 装置の概略及び使用範囲

RRDE-3A 回転リングーディスク電極装置は、重要な電気化学計測法の一つであり、リング電極はディスク電極と同心円上に設定されています。リングとディスク電極の間に絶縁材料によって分離され、通常、ディスク電極は研究対象となる材質によって調製されます。また、リング電極は一般的に白金または金が用いられます。RRDE-3A は、電極の加工精度、電極の絶縁特性、電極の回転の安定性、回転速度の精度、再現性を高めて開発しました。本装置は、これらの点を十分考慮した上でデザインしました。回転リングーディスク電極は電極反応により不安定な中間体の検出に適用され、また、電極反応メカニズムの解析にも役に立っています。従って、金属メッキ、燃料電池、電気分析化学と電気合成化学などの領域において幅広く応用されています。

2. 動作原理

1) 電極反応原理

RRDE-3A の電極が回転すると、回転により層流が起こり、物質移動速度が非常に速くなり、拡散層が薄くなります。そして電極面のどの部分でも物質輸送は均一状態となります。

その際、ディスク電極上で生成した反応中間体 B は回転による流れにそって、リング電極に運ばれます。リング電極に予め B の限界拡散電流となる電位を印加すると、B はすばやく反応します。印加電位の大きさから、リング電極上で反応した化学種を判断することが可能です。

また、リング電極上で流れる電流の大きさによって、電極反応中間物質の濃度を決定することができます。ディスク電流とリング電流の比を捕捉率 (i_r/i_D) と定義しています。

2) 装置制御部分の原理

装置の制御部分は、主に電極の回転速度とパージ時間の制御が行えます。回転速度とパージ時間は LCD ディスプレーに表示されます。回転速度の単位は rpm、パージ時間の単位は XX 秒です。図 1 に制御部のブロック図を示します。

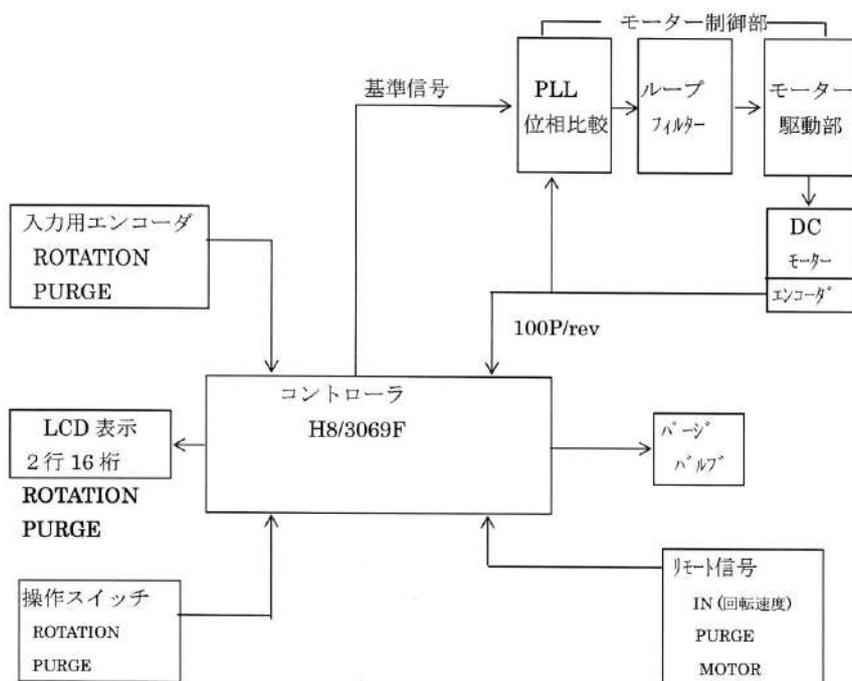


図 1. 制御部のブロック図

3. 仕様

1. 本装置は通電して30分回転した後の規格は以下の通りです。

- | | |
|-------------------|---|
| 1) 回転速度範囲 | 100 ~ 8,000 回転 / 分 (rpm) |
| 2) 測定精度 | 0.5% |
| 3) 回転安定性 | 100 ~ 2,000 rpm 誤差 1% 以下
2,000 rpm 以上の場合, 誤差 2% 以下 |
| 4) リングとディスク電極間の抵抗 | >10 MΩ |
| 5) リード線と電極の接触抵抗 | 5 Ω |
| 6) 寸法 | 190 × 230 × 400 (mm) |
| 7) 重量 | 約 6 Kg |
| 8) 出力 | 15 W |

RRDE-3A は防爆非対応装置です。

4. 装置の構成

RRDE-3A は、本体、電解セル、電解セル専用テフロンキャップで構成しています。

5. セットアップと使用方法

1) 動作環境

- ① 環境温度： 10 ~ 50°C
- ② 相対湿度： ≤ 80%
- ③ 電源： AC100 ~ 240 V (50 ± 0.5Hz)
- ④ 周辺は強い振動及び電磁場を避けること
- ⑤ 装置はアースに接続すること

2) 装置のセットアップ

装置を箱から取り出し、付属品のリストを参考にして、電源コード、電解セル等がすべてそろっているか確認して下さい。RRDE-3A 本体を安定なテーブルの上にセットします。装置の正面と背面においての各部品の名称及び機能を説明します (図 2 を参照)。

- ① LCD 表示：電極の回転速度 (rpm) 及びパージ時間 (XX 秒) を表示します。
- ② “Rotation” つまみ：“Rotation” スイッチを SET にセットします。次に “Rotation” つまみを回し、LCD パネルに目的の回転数 “xxx” と数字が表示されます。1,000rpm を設定する場合、つまみを回し、“1,000” にセットします。次に、“Rotation” スイッチを Local にすると、電極が 1,000rpm で回転します。再度 “Rotation” スイッチを SET に倒すと、回転が停止します。
- ③ “Purge” つまみ：“Purge” スイッチを SET にセットします。次に “Purge 時間設定” つまみを回し、LCD パネルに目的のパージ時間 “xxx” と数字が表示されます。30 秒の除酸素を行う場合には、つまみを回し “30” を予めセットします。次に、“Purge” スイッチを Local にすると、パージを 30 秒行ないます。再度 “Purge” スイッチを SET に倒すと、残り時間があっても強制的にパージが停止します。

3) RRDE- 3 フロント・背面各部位の説明

A



図 2. RRDE-3A 回転電極装置の名称

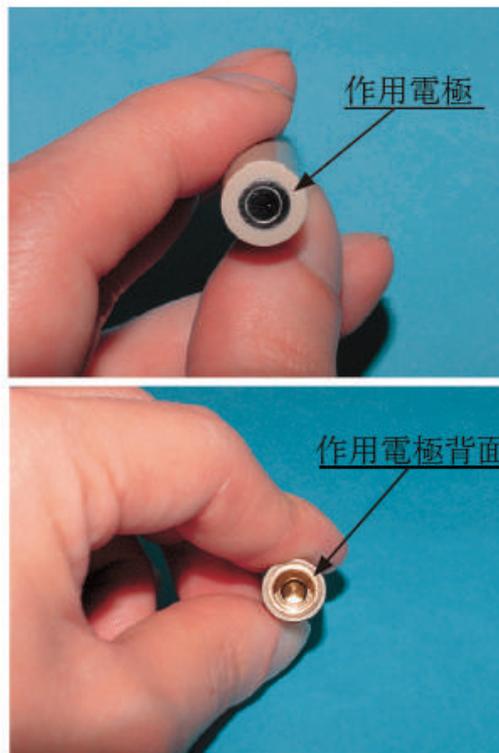
番号	機能	番号	機能
1	モーター位置設定ノブ	8	Local/SET/REMOTE スイッチ
2	モーター固定板	9	回転数設定ノブ
3	モーターシャフト	10	Local/SET/REMOTE スイッチ
4	対極	11	パージ流量ノブ
5	テフロンホルダー	12	パージ時間設定ノブ
6	ガラスセル	13	参照電極
7	LCD 表示		

RRDE-3A の前面には電極の回転速度ならびにガスパージの流量、時間の制御ツマミがあります。また、リングディスク電極の位置の高さを調整するためのノブがあります。

RRDE-3A 背面の名称

RRDE-3A 背面の各名称についての説明は下記に示します。右写真とテーブル番号の機能が記載されています。

番号	機能	番号	機能
1	パワースイッチ	4	ガスパージ制御端子
2	AC ケーブル端子	5	回転速度制御端子
3	グラウンド端子	6	ガスパージコネクター



リングディスク電極の先端写真 (図 A) ピーク樹脂の中にリング電極とディスク電極部分が埋め込まれています。背面はリング、ディスク電極と独立して電氣的にコンタクトしています。リングディスク電極は異なる材質及びサイズの電極を取り付けることもできます。ディスク電極も用意していますので、研究用途に応じて選択して下さい。



図 3. RRDE-3A 背面の名称

RRDE-3A の背面には電源ケーブルを接続するためのコンセントならびに電源スイッチ、グラウンド、パージ用ガスコネクターがあります。ガスパージ制御ケーブルはオプションとなり、パージの ON/OFF をリモートでコントロールできます。

4) RRDE 電極の取り外し / 取付け

RRDE-3A のモーターシャフトのピーク部分を抑えて反時計回りに回転しますと、シャフトから電極部分が外れます。電極の取り付けは上述とは反対にコンタクトピンを壊さないように差し込み、時計回りに回転させて固定します。



図 4-1. RRDE-3A 本体前面にあるモーターシャフト部分をモーター位置固定ノブを緩め、上に持ち上げます。この時、RRDE 電極がセルホルダーから上にあることを確認します。そして、モーターシャフト部分を斜めにします。



図 4-2. シャフト部分のピーク製ストッパーを指で抑え、RRDE 電極を反時計回しすると、RRDE 電極を取り外すことができます。

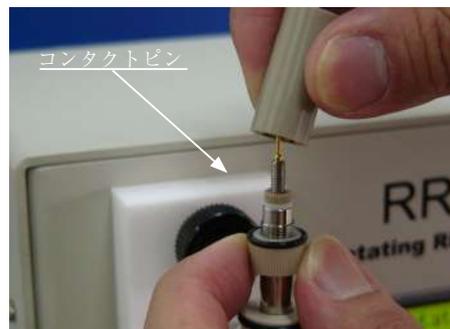


図 4-3. シャフトの先端のコンタクトピンを破損しないよう気を付けて電極を取り外して下さい。RRDE 電極を取付ける場合は、電極を時計方向に回転すれば取付けられます。

5) サンプルのセットアップ

電解セルの取り付け:電界セルはRRDE-3Aのシリコンシートの上に置きます(図5-1)。テフロンキャップを電解セルの上に載せます(図5-2)。電解セルにサンプルを入れ、参照電極、カウンター電極、パージチューブを固定します(図5-3)。



図 5-1. 電解ガラスセルをシリコンシートの上に置きます。サンプルはピペットを用いて簡単に注入できます。



図 5-2. テフロンキャップを電解セルの上に載せます。



図 5-3. 電極の取り付け方法:テフロンキャップにカウンター電極、参照電極を挿入します。電解の位置はモーター位置固定ノブにより最適な箇所固定します。

* ガラスセルの仕様は予告なしに変更する場合があります。

6) 電極のセットアップとケーブルの接続

電解セルを取付けた後、テフロンキャップに参照電極ならびにカウンター電極をセットします(図 6-1、6-2)。モーターシャフトをテフロンキャップ内へゆっくり下に移動させて作用電極をセットします(図 6-3)



図 6-1. 銀 / 塩化銀参照電極をテフロンキャップに差し込み、白ワニ口クリップを接続します。ガスパージチューブをサンプル液面に差し込みます。

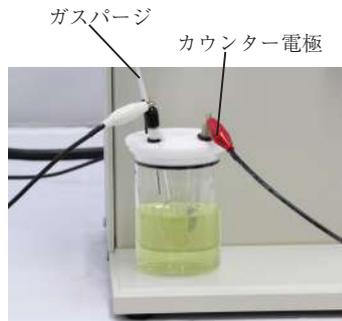


図 6-2. 白金カウンター電極をテフロンキャップに差し込み、赤ワニ口クリップを接続します。



図 6-3. モーターシャフトを下に移動し、作用電極をサンプル溶液に浸漬させます。

図 6. 電極の取り付け

参照電極は白ケーブル、カウンター電極は赤ケーブルに接続してあることを確認して下さい。ディスク電極とリング電極の識別を誤りますと、必要な測定データは得られませんのでご注意ください。

7) コントロールケーブルの接続

RRDE-3A は、外部からガスパージコントロール、回転コントロールを行うことができます。

RRDE-3A 裏面の端子に信号入力することで可能です。

IN | GND | PURGE | GND | MOTOR | GND

①回転数コントロール IN と GND

1V が 1,000rpm に相当します。DC 0 ~ 9 Volt の範囲で入力可能です。RRDE-3A の仕様上 100 ~ 8,000rpm までのコントロールとなります。

②ガスパージコントロール PURGE と GND

本体全面の PURGE の LOCAL/SET/REMOTE スイッチを REMOTE にしてこの PURGE と GND を開放と短絡でガスパージバルブの切替ができます。

③回転コントロール MOTOR と GND

本体前面の ROTATION の LOCAL/SET/REMOTE スイッチを REMOTE にして、この MOTOR と GND を開放で回転と短絡で停止のコントロールができます。



図 7. コントロールケーブルの接続

8.RRDE-3A 回転電極測定

8.1. RRDE-3A の回転数マニュアル設定の場合

①セルケーブルの接続

RRDE-3A 本体で回転数をマニュアルで設定する場合、モデル 2325 のセルケーブルの WE1 を RRDE-3A のディスク電極につなぎ、WE2 をリング電極端子に繋がります。白のワニ口クリップは参照電極、赤のワニ口クリップはカウンター電極に繋がります。

セルケーブルの接続は以下の通り

ディスク電極	:1
リング電極	:1
参照電極	:2
カウンター電極	:3



② RRDE-3A の設定

マニュアルで測定する場合、事前に RRDE-3A の回転速度設定などを事前に設定します。

例えば、

1 の ROTATION スイッチを SET にして 2 のダイヤルを回転し、必要な回転数に液晶に表示される回転数を調整します。1 のスイッチを LOCAL にすると設定した回転数で回転が始まります。



③モデル 2325 の設定と測定

モデル 2325 メインメニューから測定テクニックは LSV を選択します。RRDE 測定を行う場合、バイポテンシostat 機能を用います。

例えば、

1 の CH ON/OFF ボックスの 1,2 をマウスでクリックしますと、バイポテンシostat 機能が利用できます。

2 のパラメーター

初期電位

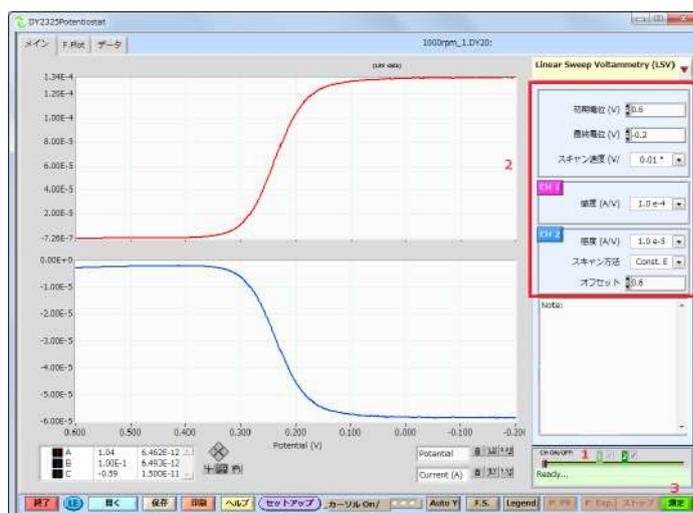
最終電位

スキャン速度

フィルター

感度 を設定します。

3 の測定ボタンをクリックしますと、測定が開始されます。



8.2.RRDE-3A の回転数リモート設定の場合

①コントロールケーブルの接続

モデル 2325 のリモートモードで RRDE 測定する時、RRDE-3A 背面の制御端子にモデル 2325 背面パネルの I/O ポートを専用ケーブルで繋がします。

モデル 2325 と RRDE-3A との接続は下記の通り

2325	RRDE-3A
IN	IN
A GND	GND
Purge	PURGE
D GND	GND
STIR	接続しない



②回転数の設定

RRDE-3A 本体の ROTATION スイッチを REMOTE にセットします。

セットアップ> General の画面を開き

静止時間、RDE 回転にチェック

測定中、RDE 回転にチェック

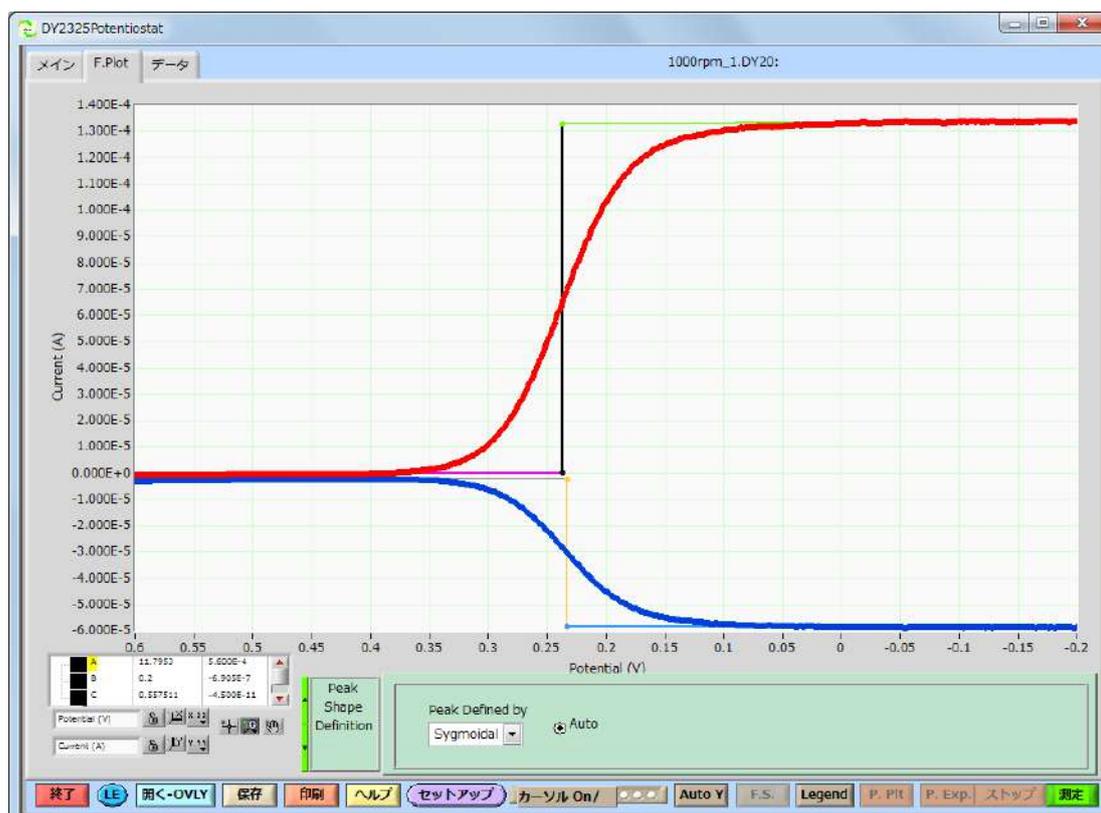
RDE 設定、回転速度 (rpm) に回転数を入力

上記 3 項目を設定して、OK ボタンを押し、メイン画面に戻ります。



③モデル 2325 の設定と測定

OK ボタンを押すと、メイン画面に戻ります。マニュアルによる RRDE 測定と同様に LSV で RRDE 測定のパラメーターを設定して、測定ボタンを押しますと、回転数のリモート制御で RRDE 測定が行なえます。



セルケーブルの接続方法

ワニ口クリップ色による電極接続方法について説明します。下図に示しますようにセルケーブルを指定の電極に接続します。接続方法を誤りますと、測定できませんのでご注意ください。



- 緑 作用電極 (ディスク電極)
- 黄 作用電極 (リング電極)
- 白 参照電極
- 赤 カウンター電極



外部コントロールする場合、ケーブル接続接続の詳細については前頁を参照して下さい。

9) パージを行う場合

マニュアル操作によるパージの制御について説明します。RRDE-3A をセットアップした後、指定の電解セルにテフロンキャップを取付けます。下図 8-1 に示すようにテフロンチューブをテフロンキャップに差し込みます。1 本はサンプル溶液中に置き、残りのテフロンチューブは液面の上に置きます。図 8-2 から図 8-4 までの手順でガス流量のコントロールを行い、図 8-5 から図 8-7 までの手順でパージ時間の設定を行ないます。



図 8-1. 銀 / 塩化銀参照電極、カウンター電極、ガスパージのチューブをセットします。



図 8-2. PURGE 部の LOCAL 側にスイッチを倒します。



図 8-3. CONTROL FLOW ツマミを回し、パージガス流量を設定します。



図 8-4. 電解セル中でガスパージを行い、サンプル中の溶存酸素を除去します。



図 8-5. パージを自動制御する場合、PURGE スイッチを REMOTE、マニュアルの場合 LOCAL にします。



図 8-6. PURGE を REMOTE/LOCAL に SET にしてから、パージ時間で PURGE ツマミを回して必要な時間を設定します。



図 8-7. PURGE スイッチを REMOTE にしますと、電気化学アナライザーからスタート信号が入力され、一定時間のパーズが開始されます。

注意

1. 作用電極、カウンター電極、参照電極に気泡が付着しないようパーズを行なうガス流量の制御に注意してください。
2. ガスパーズは測定中には行わないで下さい。
3. ガスパーズ時間設定には多少の誤差が生じます。
4. 自動パーズが停止しない場合、Purge スイッチを SET にし、10 秒程待ってから LOCAL または REMOTE にします。
5. REMOTE または LOCAL を早く行くと Purge が停止しない場合があります。SET の位置に戻して下さい。

パーズチューブの取付け方

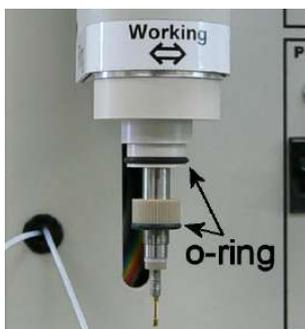


図 8-8 RRDE-3A 本体からのパーズ用テフロンチューブです。黒マークのテフロンチューブをサンプル液面より上に、もう一方のテフロンチューブをサンプル液中にセットします。



図 8-9 パーズ用テフロンチューブをテフロンキャップの穴に通します。



図 8-10 パーズ用チューブと電極をセットした状態

10) リモートによるパーズ

電気化学アナライザー背面のセルコントロール端子と RRDE-3A の背面のガスパーズ制御端子を指定のインターフェースケーブルを用いて接続します (図 7 参照)。パーズの ON/OFF ならびにパーズ時間等は電気化学アナライザーの制御画面からコントロールします。



図 9-1 銀 / 塩化銀参照電極、カウンター電極、ガスパーズチューブをセットします。



図 9-2 RRDE-3A 本体の PURGE 部は REMOTE 側にスイッチを倒します。

11) 作用電極の回転制御

マニュアル操作による回転制御について説明します。RRDE-3A をセットアップした後、指定の電解セルにテフロンキャップをセルの上に載せ、下図 10-1 に示したように作用電極を電解セルにセットします。参照電極、カウンター電極は指定のケーブルで接続します。各電極はサンプル液中に浸漬していることを確認して下さい。図 10-2 から 10-3 までの手順で回転速度のコントロールを行います。手順図 10-4 でリモートになります。



図 10-1. RRDE-3A に電極、サンプル等をセットします。



図 10-2. RRDE-3A 本体の回転速度を制御する場合、ROTATION スイッチを "SET" の位置にします。



図 10-3. RRDE 電極の回転速度は ROTATION ツマミを回して目的の速度を、例えば 1,000(rpm) に設定します。



図 10-4. ROTATION スイッチを LOCAL に倒すと電極回転が開始されます。

注意

1. リングーディスク電極の回転範囲は 100rpm から 8,000rpm です。
2. RRDE-3A の LCD の表示が一定になってから、電気化学測定を行なって下さい。
3. 室内温度にも依りますが、低速回転が一定になるまで数分掛かることがあります。このような場合、RRDE-3A のウォームアップを十分に行なって下さい。
4. REMOTE による速度コントロールを行う場合、ALS/CHI 電気化学アナライザーをご利用下さい。
5. 高速回転で使用しますと、セル中で電極の回転軸を中心に渦が発生し、空気中の酸素を溶解することがあります。また、ノイズ発生の原因となります。
6. モーター、ブラシの寿命を長くするために回転速度は 3,000rpm 以下にしてご使用下さい。
7. ガスは不活性ガスをご使用下さい。水素ガスなどを用いますと、ガス漏れにより危険が生じますので、使用は避けて下さい。
8. 回転中は回転速度によりモーター音が大きく鳴る場合がありますが、測定への影響はありません。
9. RRDE-3A は防爆非対応装置です。

12) リモートによる電極回転

電気化学アナライザー背面の RDE 端子と RRDE-3A の背面の回転速度制御端子を指定のケーブルを用いて接続します。RRDE 電極回転の ON/OFF ならびに回転速度の設定について説明します。



図 11-1. 銀 / 塩化銀参照電極、カウンター電極、ガスバジチューブをセットします。

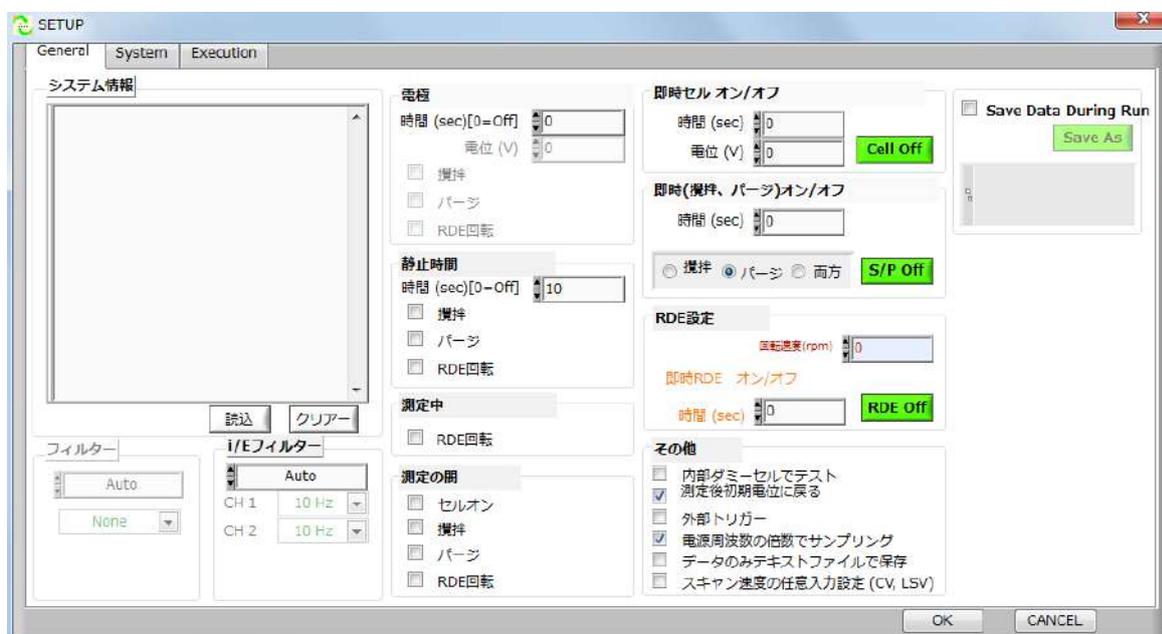


図 11-2. 回転電極の制御

測定中の回転と測定間の回転の選択、ならびに回転速度の入力ができます。入力後、OK ボタンを押しますと、RRDE-3A の回転電極は指定の回転数で回転します。

13) スピンコーティング

電極にポリマーなどを塗布する場合、本機能を使用します。RRDE-3A 回転電極装置に RDE または RRDE 電極を取り付け、シャフトを 180° 回転します。電極をトップの位置にし、塗布するポリマーをピペットで滴下します。そして一定の回転数で回転することにより、一定に塗布したポリマー電極が作成できます。スピンコートによる膜厚の条件は電極の回転数と塗布する物質の粘度、量、温度等の条件により変化しますので、事前の試験を行ってください。



図 12-1. RRDE-3A のモーター位置設定ノブを緩め、テフロンプレートを上方



図 12-2. RRDE-3A 本体のモーター固定板を上部に移動し、ノブを固定します。



図 12-3. RRDE モーターシャフトを 180° 回転します。



図 12-4. 180° 回転しますと、電極のコンタクトピンが現れます。コンタクトピンは先端が尖っていますので、取扱いに注意して下さい。この先端に RDE、RRDE 電極を取り付けます。



図 12-5. スピンコート用カバーです。本カバーはシャフト先端のコンタクトピンの保護に利用します。



図 12-6. スピンコートを行う準備が整った状態です。電極表面にピペットなどを用いて塗布したいサンプルを滴下し、電極を回転させます。一定速度で電極を数分間回転しますと、膜厚が一定な電極を作ることができます。

6. 装置の使用

RRDE-3A 回転リングディスク電極装置とデュアルポテンシostatが必要となります。下記にRRDE-3A とモデル 2325 バイポテンシostatを紹介します。

モデル 2325 バイポテンシostatを各電極端子に接続します。実験データはハードディスクに記録されます。次に、回転リングディスク電極を用いた測定例を示します（ディスク電極、リング電極：白金）

1mM フェリシアンを含む0.1M KCl支持電解質中で、ディスク電極は5mV/sの掃引速度、0～+0.5 V vs. Ag/AgClの電位範囲において掃引し、リング電極に0.5Vの定電圧を印加する。記録した電流—電位曲線は図13に示します。回転速度によって電流値は異なります。そのディスク電流とリング電流の比から捕捉係数が求められます。

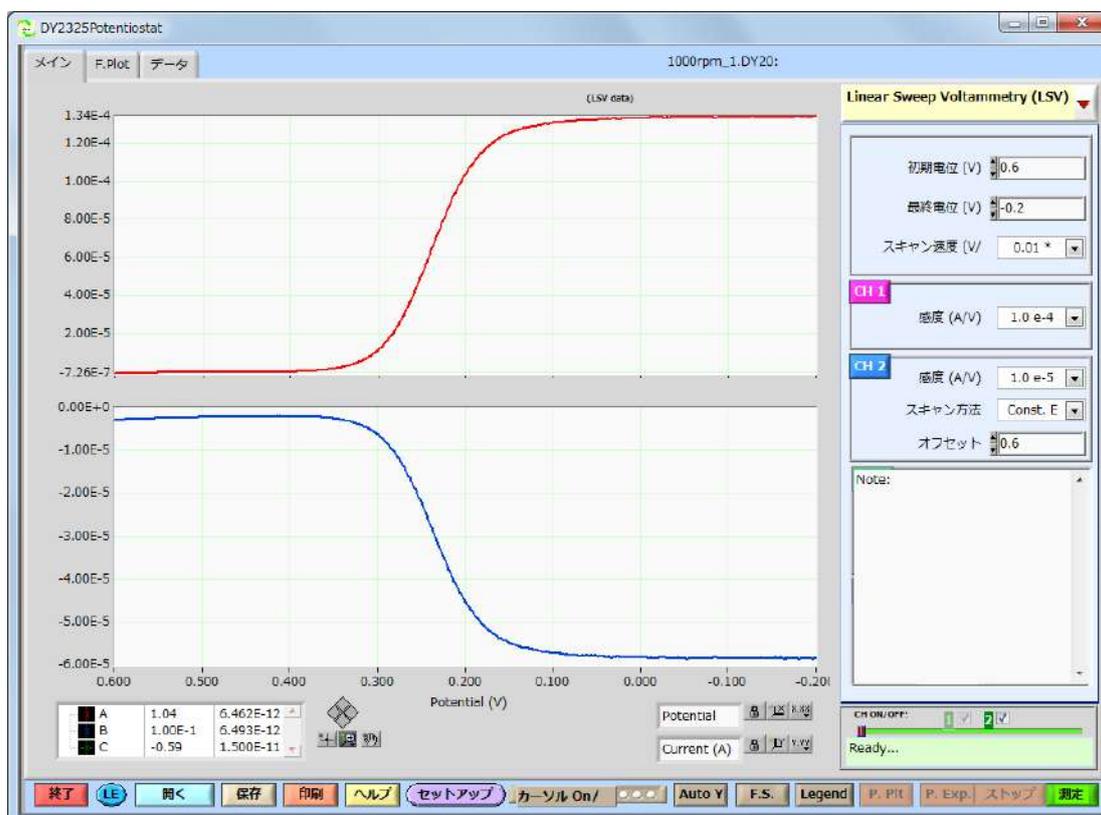
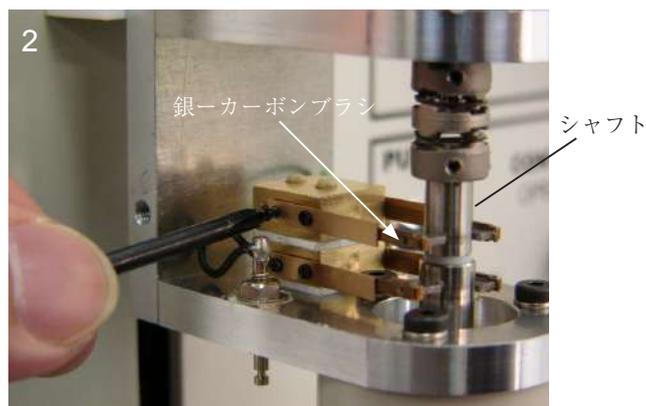


図 13. 電流—電位曲線

7. 装置の保守とトラブルの解決法

- 1) 装置は乾燥した場所に設置して下さい。また、腐食性ガスのある環境での使用を避けてください。
- 2) 装置は 200 ~ 300 時間を使用した場合、安定性が著しく落ちることがあり、銀-カーボンブラシを点検・清掃を行う必要があります。その方法は下図に示します。
- 3) 窒素パージガスによる電解液の溢れを防止するため、窒素ガスを適当な流量にコントロールして下さい。
- 4) アースに接続して下さい。

銀-カーボンブラシの交換

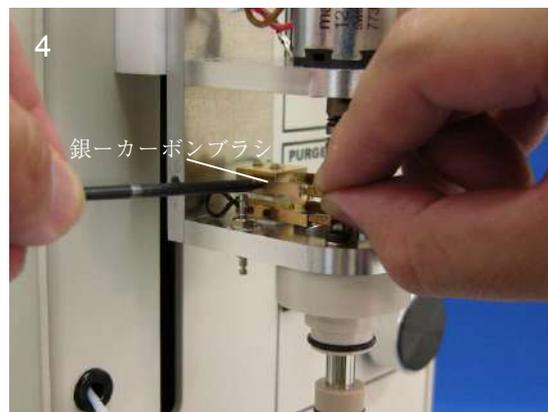


RRDE-3A 本体のモーターシャフトカバーはサイドのネジをドライバーで外し、カバーを取ります。

銀-カーボンブラシを交換する場合、銀-カーボンブラシを固定しているネジをドライバーで取り外します。



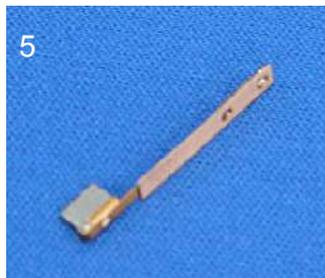
銀-カーボンブラシを取り外しましたら、新しい銀-カーボンブラシに交換します。



新しい銀-カーボンブラシに交換します。

シャフトが汚れている場合、綿棒などでシャフトを綺麗に掃除して下さい。

モーターシャフトが回転している場合、指で回転を停止しないで下さい、怪我をすることがあります。また、安全のためポリスイッチが作動し、動作が停止します。電源を OFF/ON すれば動作可能な状態に復帰します。

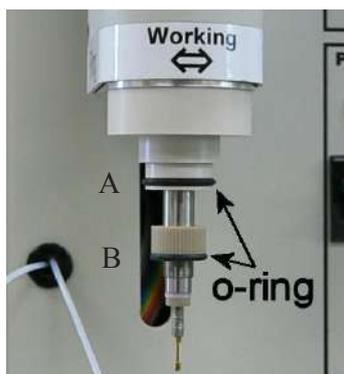


取り外された銀-カーボンブラシです。

200 時間以上が経過して測定結果が著しく落ちた場合、上記の方法に従って銀-カーボンブラシを点検して下さい。

O-リングの交換

シャフトには下記写真に示しているように2種類のO-リングを使用しています。O-リング(A)は外部の大気を遮断するためにテフロンキャップの密栓を図るために用いられています。O-リング(B)は電極の腐食防止を向上するために用いられています。これらO-リングが劣化した場合、指定の製品に交換して下さい。



注意

1. リンガー ディスク電極から得られた電流変化はこの銀-カーボンブラシを経由して測定器に伝えますので、シャフトとブラシの間に腐食等発生しないようメンテナンスして下さい。
2. ブラシの板ばねが緩んでしまいますと、シャフトとの接触が低下し、ノイズの原因となります。
3. 外見上銀-カーボンブラシの磨耗が見られる場合、銀-カーボンブラシの交換時期となります。
4. 銀-カーボンブラシ部分に酸、アルカリなどの溶液を付着させますと、ノイズならびに故障の原因となります。
5. 銀-カーボンブラシ部分の改造を行った場合、機器の保証対象外となります。
6. 3,000rpm を越す回転を長時間行いますと、銀-カーボンブラシの削りかすが発生し、シャフトとベアリングの間に入り、回転ムラが起きます。

8. 電極の研磨

1. PK-3 セル研磨キットの取扱説明書に従い電極を研磨します。

電極研磨の目的は、レドックス反応の生成物あるいは測定中に蓄積した吸着物を取り除くためです。電極が被膜される速さ(信号の減衰)は、次のような要因があります。

- a. 測定物の分子量
- b. 測定物の濃度
- c. 電解物質の種類
- d. 印加電圧
- e. 使用頻度

電気化学で使用する電極は、アプリケーションにも依りますが測定後に研磨が必要です。回転ディスクとไฮドロダイナミックモジュレーションといった測定では、レドックス生成物を取り除く助けをする溶液の動きが有り、無攪拌溶液中のボルタンメトリーで観察されるよりも低い濃度での測定が可能になります。測定方法で電極研磨の必要性が変わります。一般的に、電極の応答が徐々に減衰してきたときに研磨をします。電極はまた、周囲からの吸着で汚染物質を蓄積します。煙草の煙、煙霧質、その他の空気で運ばれる物質をととても簡単に吸着します。

研磨することでわずかに電極表面を削り取ります。三段階の異なった研磨剤を使用し、粗い研磨剤からかなり細かい研磨剤で研磨します。たいいていの電極は、表面に付いた汚染物質を物理的に取り除くのに一段階の研磨で十分です。貴金属(金、銀、白金)電極は、アルミナかダイヤモンドのどちらかで大丈夫です。アルミナ研磨を最初に行ない、結果が良いときはこの一段階で大丈夫です。化学修飾(金/水銀アマルガム)とグラッシーカーボン電極の場合は、最初の鏡面に戻すために二段か三段階の研磨をします。

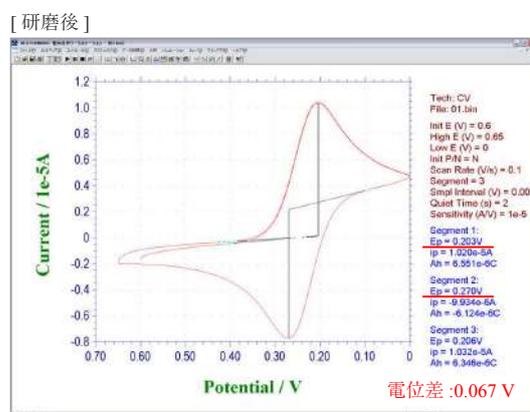
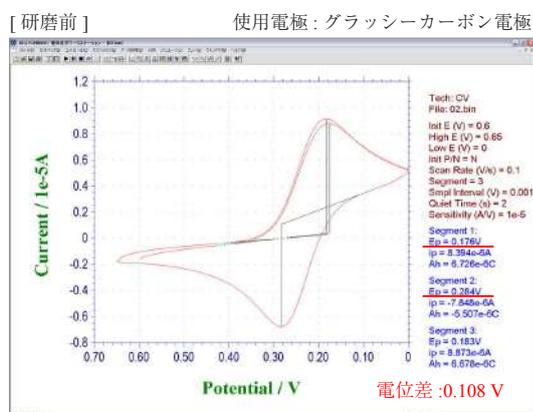
全ての研磨のステップでは、次の段階に移る前に電極の十分な洗浄をする必要があります。洗浄をしないと、前段階の微量な研磨剤が最終研磨に入ってしまいます。研磨の主な懸念は、保護しているプラスチックやガラスより低い位置の柔らかい電極素材を研磨できないことです。このことは、平面上でいつも電極を研磨することで避けられます。電極の取り扱い時に下記のことにも注意して下さい。

- a. 当社の研磨剤を使用し、次の方法を守ることが重要です。PK-3 研磨キットには、全ての研磨に必要な材料が用意されています。
- b. 研磨キットに付属の厚いガラス板に付いたパットの上で電極を研磨します。研磨の間は、出来るだけガラス表面に水平に電極を保持します。このことは RDE 作用電極では特に重要で、電極を覆っているプラスチックが平面で無くなってしまう可能性があります。出来るだけ平面に表面を維持し、ゆっくりと研磨します。電極を回転したときの偏向が抑さえられます。
- c. 保護しているプラスチックから電極材料を取り出すことは絶対に出来ません。取り出すと電極は壊れてしまいます。
- d. 乾燥させる場合、電極を加熱しないで下さい。乾燥は室温でするようにします。それは、電極材料とそれを保護しているプラスチックやガラスの膨張係数の違いによってクラックが起るからです。
- e. 電極本体のネジの穴に細かいゴミが入らないように注意して下さい。この穴に電極材料との接点のためのスプリングプランジャーが入るので清潔にしておきます。

PK-3 セル研磨キット

作用電極の応答性は、研磨によって蘇る

電極研磨の目的は、電極を使用している間にたまった酸化還元反応生成物を取り除くことです。研磨によって新しい電極面を再生することで、電極の応答性を良好なまま維持することができます。

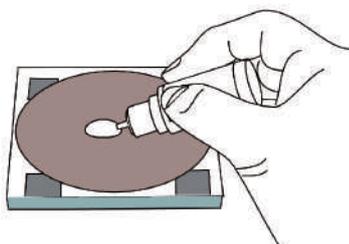


電極の表面は、電気化学実験で様々な酸化還元反応を繰り返すうちに、実験中の生成物が電極表面に吸着し、徐々に電子移動速度が減衰します。電子移動速度が遅くなると、酸化還元対のピーク電位差が広がってしまいます。

研磨によって新しい電極面を作り出すことで、電子移動速度は再び向上します。その結果、ピーク電位差が狭くなり、理想的なCVに戻ります。

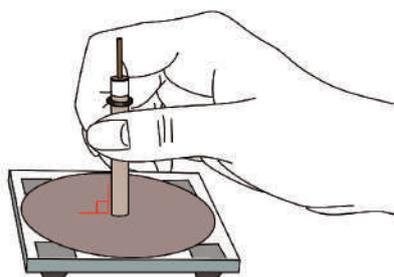
PK-3 セル研磨キットによる CV 電極の研磨方法

STEP
1



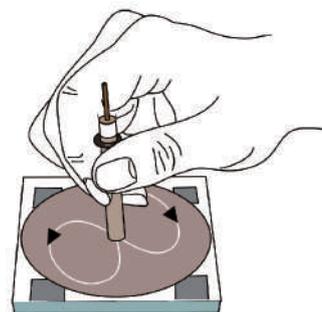
ガラス板にダイヤモンド用研磨パッドを貼り付け、研磨用ダイヤモンドを滴下する

STEP
2



CV 電極をパッドに垂直に押し当てる

STEP
3



軽い力で8の字を描くように研磨し (30秒~2分間)、研磨後に蒸留水で洗浄する

カタログ No.	品名		
013223	PK-3 セル研磨キット		
	内訳	入数	用途
012620	0.05 μm 研磨用アルミナ (20 mL)	1	最終研磨用
012621	1 μm 研磨用ダイヤモンド (10 mL)	1	中間の研磨用
	アルミナ研磨パッド	10	最終研磨用
	ダイヤモンド研磨パッド	10	中間の研磨用
013222	ガラス板	1	研磨パッドを貼り付けるガラス板
	オプション (別売)		
002053	6 μm 研磨用ダイヤモンド (10 mL)	1	粗削り用
012600	アルミナ研磨パッド	20	最終研磨用
012601	ダイヤモンド研磨パッド	20	中間の研磨用
012610	粗削り用研磨パッド	20	粗削り用
012611	エメリーペーパー #2000	20	PG 電極、PFCE 電極の研磨用
011924	エメリーペーパー #4000	20	PG 電極、PFCE 電極の研磨用

※ エメリーペーパーを用いて研磨する際は、蒸留水のみでお使いください。PG 電極、PFCE 電極には研磨液は使用できません。

9. 付属品リスト

下記のもの揃っているか、必ずご確認ください。万一不足や破損しているものがありましたら、商品到着後1週間以内に、ご購入された販売店へご連絡ください。1週間以内にご連絡がない場合、お客様のご要望にお応えできないことがございます。

コード	品名	数量	検品
012623	RRDE-3A 回転リングディスク電極装置	1	
RRDE-3A の付属セット内容			
012632	ガラスバイアル 100mL (1 個)	1	
012064	スピンコートアダプター	1	
012065	パージ用ニップル (PP 製)	1	
010058	タイゴンチューブ 1/8ID × 1/4OD (1.3m)	1	
013271	RRDE-3A テフロンキャップ V.2	1	
012642	RRDE-3A シリコンシート 100x180mm (1 枚)	1	
	RRDE-3A ベアリングアッセンブリー用 O リング (3 個)	1	
	RRDE-3A シャフトアッセンブリー用 O リング (3 個)	1	
	取扱説明書	1	
	電源ケーブル	1	
	保証書	1	

保証について

購入いただきました RRDE-3A 装置の保証についてご説明いたします。

保証規定

ガラスセル等に関しては納品後 30 日

RRDE-3A 本体の消耗品パーツ、銀-カーボンブラシ、コンタクトピン、チューブ類、ベアリング等の消耗品パーツに関しては納品後、90 日

本体エレクトロニクス部分に関しては納品後、1 年 となります。

腐食環境下にて使用した場合、測定後電極などの金属部分に関してはキムワイプなどを用いて綺麗に水分を拭取って下さい。

RRDE-3A ver.1.2 トラブルシューティング

現象	No.	原因	解決方法	注意事項
1. データに 普段より大 きなノイズ が現れてい る	1-1	グラウンドが取れていない。	・ RRDE-3A ver.1.2 と使用するポテンシオスタットのグラウンドを正しく接続する。	
	1-2	溶液量が多すぎる。あるいは少なすぎる。	・ 付属セル 012632 を使用する場合は溶液量を 65 ± 5 ml にする。	・ 回転電極先端を溶液に浸すときの深さは液面より 5 mm 程度にする。
	1-3	回転電極がゆがんだ状態でシャフトに取り付けられている。	・ 回転電極を外して取り付け直す。	
	1-4	回転電極表面に気泡が付着している。	・ 気泡を除く方法：回転電極を一旦溶液から取り出し、1000 rpm 以上で回転させながら遠心力で気泡が電極表面に付着しないように溶液に浸す。	・ ガスパージ操作後は特に注意が必要。 ・ 測定途中から気泡が付着する場合もある。
	1-5	参照電極先端に気泡が付着する。	・ 参照電極先端を指ではじくなどして、溜まった気泡を取り除く。	溶液の温度変化により参照電極先端に気泡が発生することがある。
	1-6	回転電極表面の汚れや凹凸。	・ 研磨を行う。 ・ 修飾電極を使用している場合は、修飾層を薄く均一にするように再修飾する。	
	1-7	参照電極の不良。	・ 参照電極を交換する。	
	1-8	長期使用による、銀-カーボンブラシとシャフト間の接点の電気抵抗が増加する。	・ 銀-カーボンブラシを外して、シャフトに付着している粉を拭き取った後、取り付け直す。 ・ シャフトの汚れが激しい場合、シャフトの銀-カーボンブラシが接触する部分にエメリーペーパー UF800 を当てながら 100 rpm で数秒回転させる。 ・ 銀-カーボンブラシが大きく摩損している場合は交換する。	・ 納品後の装置移動時の大きな衝撃で銀-カーボンブラシが損傷したり、接点位置がずれたりする場合があります。 【補修用パーツ】 012611 エメリーペーパー UF800 (20 枚入) 013229 RRDE-3A Ver.1.2 用ブラシ
	1-9	長期使用で銀-カーボンブラシ削り粉がベアリング部分にたまる。	・ モータ部のカバーを開けて、溜まった削り粉を綿棒などで除く。	・ 主にリング電流にノイズが発生する。
	1-10	長期使用後、ゆがみによりシャフト先端が大きく孤を描く。	・ シャフトを本体より一旦外して、再度接続しなおす。解決できない場合はシャフトを交換する。	・ シャフト先端のコンタクトプローブがゆがんでいる場合も起こる。 【補修用パーツ】 013342 RRDE-3A シャフトコンタクトプローブ補修キット

現象	No.	原因	解決方法	注意事項
2. 電流が普段より小さい	2-1	溶液内の酸化還元物質の濃度が異なる。	・ 溶液の再調製。	
	2-2	銀-カーボンブラシとシャフトの接触抵抗が大きい。	・ 銀-カーボンブラシをブラシブロックより外してシャフトに付着している粉を拭き取った後、再度取り付ける。または銀-カーボンブラシの交換。 ・ シャフトの銀-カーボンブラシが接触する部分にエメリーペーパー UF800 を当てながら 100 rpm で数秒回転させる。	【補修用パーツ】 013229 RRDE-3A Ver.1.2 用ブラシ 012611 エメリーペーパー UF800 (20 枚入)
	2-3	シャフトのコンタクトプローブ先端とディスク電極の接触抵抗が大きい。	・ シャフトの交換またはコンタクトプローブの交換。	・ 2012 年 3 月末以降に販売した製造番号 M1131 以降の機器はコンタクトプローブのみの交換が可能。 【補修用パーツ】 013342 RRDE-3A シャフトコンタクトプローブ補修キット ・ 上記以前の製品については以下のシャフトアッセンブリーの交換が必要。 【補修用パーツ】 012624 RRDE-3A シャフトアッセンブリー
	2-4	回転電極の電極活性が低下した。	・ 電極の研磨または電極の交換。	
3. 電流が振り切れる (over-flow)	3-1	参照電極先端が溶液に浸されていない。	・ 参照電極先端を溶液に浸す。 ・ 溶液が少ない場合は足す。	溶液量は 65 ± 5 ml にして下さい。
	3-2	ポテンシostatの感度設定ミスあるいはポテンシostatの不具合。	・ ポテンシostatの感度設定を確認し、適切な電流感度に設定する。 ・ ポテンシostatの修理または付属ソフトウェアのアップデート。	
	3-3	回転電極 - 対極間が高抵抗のため、ポテンシostatのコンプライアンス電圧を超えている。	・ コンタクトプローブ (ディスク側) あるいはシャフトの電極ストッパー近傍 (リング側) と各々のセルケーブル接続ピンの間の抵抗をテスターで調べる。高抵抗 (1 k Ω 以上) であれば銀-カーボンブラシやコンタクトプローブ等の断線箇所を調べて調整する。 ・ 回転電極の交換 ・ 反応系の状態を確認し、高抵抗となる溶液、対極などを使用していないか確認し、修正可能ならば調整する。	

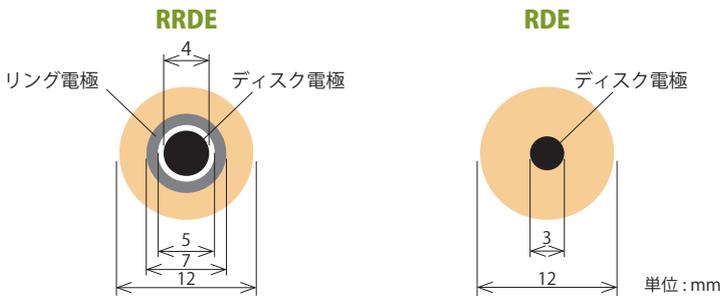
現象	No.	原因	解決方法	注意事項
4. 電流が流 れない	4-1	回転電極、または対極が溶 液に触れていない。	・電極先端を溶液に浸す。 ・溶液が少ない場合は足す。	溶液量は 65 ± 5 ml にして下さい。
	4-2	セルケーブルと電極がつか ない。	・接続状況を確認し、セルケーブルが外れ ている場合は確実に接続する。	
	4-3	シャフトのコンタクトプロ ーブ先端とディスク電極が 接触していない。	・シャフトの交換またはコンタクトプロ ーブの交換。	・ 2012 年 3 月末以降に販売した製 造番号 M1131 以降の機器はコン タクトプローブのみの交換が可 能。 【補修用パーツ】 013342 RRDE-3A シャフトコンタ クトプローブ補修キット ・ 上記以前の製品については以下 のシャフトアッセンブリーの交換 が必要。 【補修用パーツ】 012624 RRDE-3A シャフトアッセ ンブリー
	4-4	回転電極の電極触媒活性が 低い。	・電極が劣化している場合は電極面研磨ま たは交換。電極表面に触媒を修飾している 場合は修飾をやり直す。	
5. ディスク 電流は検出 されるが、 リング電流 が流れない	5-1	シャフトに取り付けた回転 電極のゆるみ	・回転電極を一旦取り外し、再度取り付け る。	
	5-2	回転電極の破損	・回転電極の交換	

RRDE-3A 用リングディスク電極・ディスク電極



リングディスク電極・ディスク電極は、RRDE-3A 回転リングディスク電極装置専用の電極です。電極には耐薬品性に優れた PEEK 樹脂を使用しています。これらの電極は非常にコンパクトであるため、PK-3 電極研磨キットで簡単に研磨することができます。本カタログで紹介されていない材質・サイズの電極も特注にて対応いたしますので、販売元あるいは販売代理店までお問い合わせください。

電極サイズ



電極表面の修飾



旧タイプのリングディスク電極では、ディスク電極へ修飾する際、注意しないとリング電極まで広がってしまうことがありました。製造方法の見直しにより、従来の電極よりもディスク電極部分への触媒の塗布がしやすくなりました。新しい電極では、滴下した液体がリング電極部分まで広がらずにディスク電極上に留まります。

電極リスト

カタログ No.	品名	電極サイズ		電極外径	電極長さ
		リング電極 (外径/内径)	ディスク電極		
リングディスク電極					
012613	白金リング-GC ディスク電極	7 mm / 5 mm	4 mm	12 mm	25 mm
012614	白金リング-白金ディスク電極	7 mm / 5 mm	4 mm	12 mm	25 mm
012615	白金リング-金ディスク電極	7 mm / 5 mm	4 mm	12 mm	25 mm
012616	金リング-GC ディスク電極	7 mm / 5 mm	4 mm	12 mm	25 mm
012617	金リング-白金ディスク電極	7 mm / 5 mm	4 mm	12 mm	25 mm
012653	金リング-金ディスク電極	7 mm / 5 mm	4 mm	12 mm	25 mm
012618	GC リング-GC ディスク電極	7 mm / 5 mm	4 mm	12 mm	25 mm
ディスク電極					
011169	GCE グラッシーカーボンディスク電極	—	3 mm	12 mm	25 mm
011170	PTE 白金ディスク電極	—	3 mm	12 mm	25 mm
011171	AUE 金ディスク電極	—	3 mm	12 mm	25 mm
011966	ALE アルミニウムディスク電極	—	3 mm	12 mm	25 mm
011967	AGE 銀ディスク電極	—	3 mm	12 mm	25 mm
011968	CUE 銅ディスク電極	—	3 mm	12 mm	25 mm
011969	NIE ニッケルディスク電極	—	3 mm	12 mm	25 mm
011970	TAE タンタルディスク電極	—	3 mm	12 mm	25 mm
011971	TIE チタンディスク電極	—	3 mm	12 mm	25 mm
011972	WE タングステンディスク電極	—	3 mm	12 mm	25 mm
011973	CPE カーボンペーストディスク電極*	—	3 mm	12 mm	25 mm

* 001010 CPO カーボンペーストは別売りです。カーボンペーストは充填してありませんのでご注意ください。

DRE ディスク交換式電極キット



DRE ディスク交換式電極キットは、ALS 社製 RRDE-3A 回転リングディスク電極装置に装着可能なディスク交換式の RRDE 電極です。ディスク電極の交換は前面および背面のいずれからでも可能です。実験目的に合わせて、ディスク電極を繰り返し着脱して RRDE 測定を行うことができます。

特長

1. リングとディスクを別々に前処理（研磨、触媒担持など）できる
2. 同一のリング電極を繰り返し使用することで、リング電極の材質や寸法に影響されない純粋なディスク電極の評価が可能
3. ディスク電極のみを取り外して再生処理が可能

DRE ディスク交換式電極（RRDE）



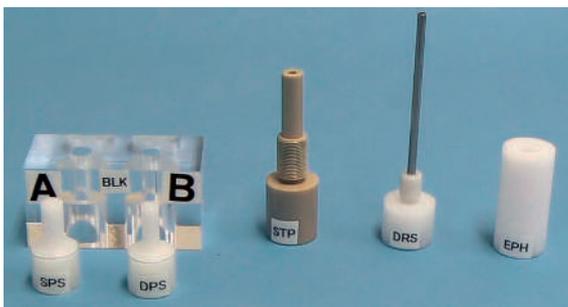
カタログ No.	品名
013336	DRE-PGK ディスク交換式電極 Pt/GC キット
内訳	
013337	DRE-PTR Pt リングアッセンブリー
013339	DRE-SPC テフロンスペーサー (3 個)
013338	DRE-GCD GC ディスク
オプション (別売)	
013366	DRE-AUD Au ディスク
013367	DRE-PTD Pt ディスク

DRE ディスク交換式電極（RDE）



カタログ No.	品名
013362	DRE-GCK ディスク交換式電極 GC キット (013338 含む)
013364	DRE-AUK ディスク交換式電極 Au キット (013366 含む)
013365	DRE-PTK ディスク交換式電極 Pt キット (013367 含む)
共通の内訳	
013361	DRE-DAS ディスクアッセンブリー
013339	DRE-SPC テフロンスペーサー (3 個)
追加購入用ディスク電極	
013338	DRE-GCD GC ディスク
013366	DRE-AUD Au ディスク
013367	DRE-PTD Pt ディスク

DRE-DCP ディスク電極交換研磨ツール



カタログ No.	品名
013340	DRE-DCP ディスク電極交換研磨ツール
内訳	
	DRE-BLK ベースブロック
	DRE-STP ストッパー
	DRE-DRS ディスク取出棒
	DRE-SPS スペーサー押込棒
	DRE-DPS ディスク押込棒
	DRE-EPH 電極研磨ホルダー

RE-1CP



全長: 約 92 mm

RE-1CP の参考電位



$$E_0 = 198 \text{ mV vs RHEK (25}^\circ\text{C)}$$

※ 弊社の RHEK 簡易型可逆水素電極 (カタログ No.013373) を使用した実測値です。

RE-2BP



全長: 約 92 mm

RE-2BP の参考電位



$$E_0 = 241 \text{ mV vs RHEK (25}^\circ\text{C)}$$

※ 弊社の RHEK 簡易型可逆水素電極 (カタログ No.013373) を使用した実測値です。

RE-2CP



全長: 約 92 mm

RE-2CP の参考電位



$$E_0 = 657 \text{ mV vs RHEK (25}^\circ\text{C)}$$

※ 弊社の RHEK 簡易型可逆水素電極 (カタログ No.013373) を使用した実測値です。

RE-61AP



全長: 約 92 mm

RE-61AP の参考電位



$$E_0 = 118 \text{ mV vs RHEK (25}^\circ\text{C)}$$

※ 弊社の RHEK 簡易型可逆水素電極 (カタログ No.013373) を使用した実測値です。

特長

● 内部溶液が交換可能

RE-2BP キャロメル型参照電極

甘汞 (かんこう) 電極とも呼ばれる、電極電位の測定時に電位の基準点を与える電極です。

RE-2CP 参照電極

塩化物イオンの影響を受けないキャロメル型参照電極として開発されました。

RE-61AP アルカリ用参照電極

アルカリ溶液に耐性のあるキャロメル型参照電極として開発されました。耐薬品性に優れたメチルペンテンポリマーを使用しています。上端部はねじ込み式のキャップで取り外しが可能です。内部に水酸化ナトリウム (1M) を充填して使用します。先端液絡部にはセラミックスを使用しています。

カタログ No.	品名	液絡部	内部溶液	用途
013459	RE-1CP 飽和 KCl 銀塩化銀参照電極	セラミックス	飽和 KCl	RRDE, EQCM セルに利用
013458	RE-2BP キャロメル型参照電極	セラミックス	飽和 KCl	参照電極の基準電極として利用
013459	RE-2CP 参照電極	セラミックス	飽和 K ₂ SO ₄	塩素成分を嫌う分析に利用
013456	RE-61AP アルカリ用参照電極	セラミックス	—	アルカリ溶液中で使用するための参照電極

簡易型可逆水素電極キット



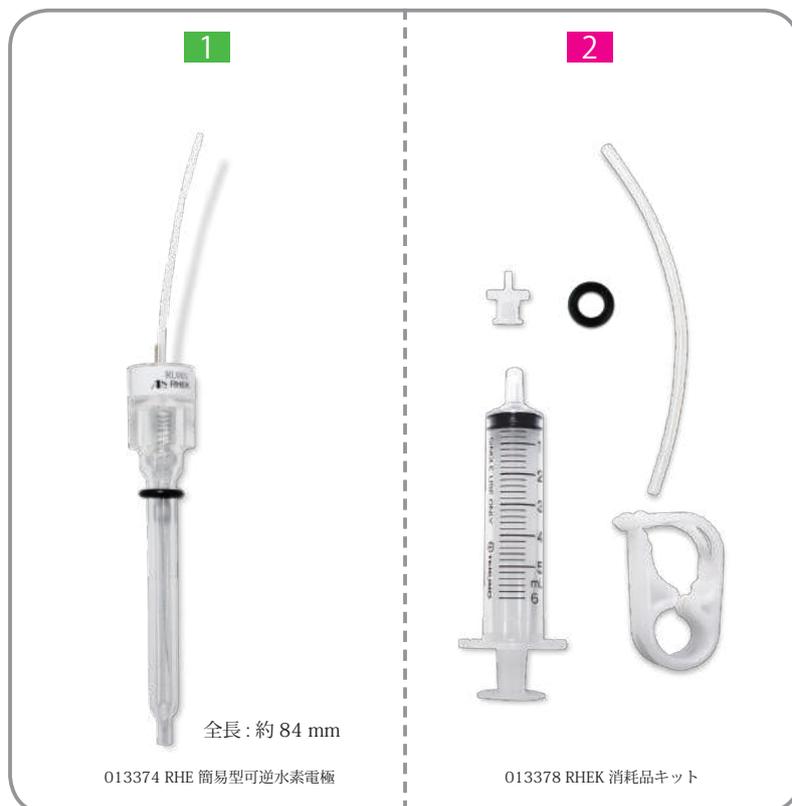
001209 セル固定台および012669 SVC-3 ボルタンメトリー用セルは別売り

酸性溶液の電気分解により水素ガスを発生・捕捉し利用することで、良好な電位安定性を実現する可逆水素電極です。通常の水素電極での危険性を伴う水素ガスボンベの使用や水素ガスの大量排気など、煩雑な操作が必要ありません。1.2 mol/L の塩酸を使用すると標準水素電極に近い参照電極として使用可能です。また、ダブルジャンクションチャンバーを使用することで、酸性溶液以外の溶液でもご使用頂けます。

カタログ No.	品名	入数	
013373	RHEK 簡易型可逆水素電極キット	1	
内訳			
1	013374 RHE 簡易型可逆水素電極	1	
2	013378 RHEK 消耗品キット	1	
2a	(内訳)	ピンチコック	1
2b		シリコンチューブ 10 cm	3
2c		O リング	1
2d		シリンジ変換アダプター	1
2e		ディスポーザブルシリンジ (5 mL 用)	1

カタログ No.	品名	入数
3	013375 ダブルジャンクションチャンバーキット	1
内訳		
3a	013376 ダブルジャンクションチャンバー	1
3b	013377 ダブルジャンクションチャンバーキャップ	1
3c	002222 Pt カウンター電極 5.7 cm	1

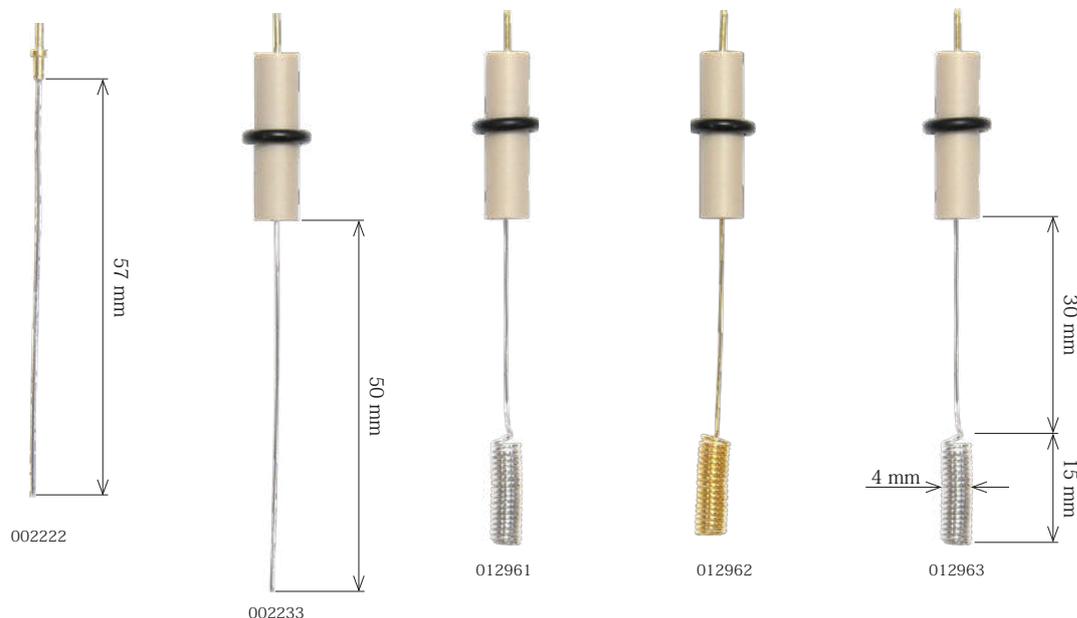
構造および内訳



013373 RHEK 簡易型可逆水素電極キット

カウンター電極

電気化学測定セルの形状によって、様々なカウンター電極をラインナップしています。流れる電流量に合わせてカウンター電極を選択して下さい。また、本カタログで紹介されていないサイズ・素材のカウンター電極も特注にて対応いたしますので、販売元あるいは販売代理店までお問い合わせください。



種類

カタログ No.	品名	長さ	直径	用途
002222	Pt カウンター電極 5.7 cm	5.7 cm	0.5 mm	SVC-2、VC-4、プレート電極評価セルなど
002233	Pt カウンター電極 5 cm	5 cm	0.5 mm	SVC-3 など
012961	Pt カウンター電極 23 cm [*]	23 cm	0.5 mm	バルク電気分解用セル、RRDE など
012962	Au カウンター電極 23 cm [*]	23 cm	0.5 mm	バルク電気分解用セル、RRDE など
012963	Ni カウンター電極 23 cm [*]	23 cm	0.5 mm	バルク電気分解用セル、RRDE など

^{*} コイル状に巻いてあります。

テクニカルノート

カウンター電極の役割

3電極を用いたポテンショスタット系の場合、作用電極とカウンター電極間に電圧を印加し、電流を測定します。電気回路を通じた電流の通過は作用電極とカウンター電極間の電子移動反応を必要とします。カウンター電極の主な機能は第二電子移動反応の場所を提供することです。

カウンター電極の重要なパラメーターは表面積です。作用電極が発生する電流をサポートするのに十分な大きさ(面積)が必要です。例えば、カタログNo.002222あるいは002233の5 cmの白金電極の表面積は、サイクリックボルタンメトリーのような定常実験の電極として使用するには十分です。しかし、バルク電気分解などのような高電流を発生する計測では、より大きな面積のカウンター電極が必要となります。カタログNo.012961の電極は白金の長さが23 cmあります。本電極は回転リングディスク測定などに使用されます。つまり、対流が電流を大きくします。

セルの形状も重要なポイントとなります。カウンター電極上の電気分解による生成物のコンタミを防ぐために、カウンター電極を作用電極と分離して(チャンバーで隔離して)配置することがあります。サイクリックボルタンメトリーなどの電気化学計測では、計測時間が短いので電気分解によるコンタミの影響は無視できます。そのため、カウンター電極の分離を行うことは通常ありません。チャンバーでカウンター電極を分離すると、フリッツ(ガラス焼結体)の影響でカウンター電極と参照電極間の抵抗が大きくなり、これが問題となる場合もあります。しかし、バルク電気分解の実験の場合では、測定時間が長く、攪拌も必要となりますので、チャンバーを用いてカウンター電極と作用電極を分離し、2電極間の輸送を防ぐ必要があります。

